

АНАЛИЗ ВОЛЬФРАМСОДЕРЖАЩЕГО ШЛАМА МЕТОДОМ АЭС–ИСП

Вячеслав А.В.⁽¹⁾, Цепкова В.В.⁽¹⁾, Титова А.Д.⁽¹⁾, Ермолаева Т.Н.⁽²⁾

⁽¹⁾ НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»

191015, г. Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, д. 49

⁽²⁾ Липецкий государственный технический университет

398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Вольфрамовая промышленность претерпела серьезные изменения вследствие чего, вольфрам перешел в разряд остродефицитных материалов. Получение вольфрама из отходов всегда было важной составляющей отечественного рынка сырья. На данный момент это актуально, так как вторичный вольфрам становится основой сырьевой базы промышленности. Вольфрамосодержащий шлам – это пылевидные отходы производства твердых сплавов, которые характеризуются следующим составом: W – 60-90; Co – 0-10; Ti – 0-8 % масс. Разработана методика определения W, Co, Ni, Fe и Ti в вольфрамосодержащем шламе (на примере шлама, полученного при производстве твердых сплавов типа ВК-3, ВК-8 и т.п.) методом АЭС-ИСП после автоклавной микроволновой пробоподготовки. Растворение проб проводили в автоклавах DAP-60, микроволновой системе «Speed-Wave four» (Berghof, Германия). Оптимизирован качественный и количественный состав реакционной смеси, температурно-временные режимы пробоподготовки. Установлено, что полное переведение пробы (0,1000 г) в раствор достигается в 9 мл смеси концентрированных HCl, HNO₃ и HF (3:1:0,5) при ступенчатом нагреве до 210 °C (со скоростью 85 °C/мин до 170 °C и 20 °C/мин до 210 °C) и термостатировании 18 мин. Для стабилизации давления в автоклаве пробы выдерживали при фиксированной промежуточной температуре в течение 3 мин. Время пробоподготовки 25 мин. Анализ шлама выполняли на АЭС-ИСП спектрометре «Optima 7300 DV» (Perkin Elmer Corporation, США). Определение W осуществляли методом внутреннего стандарта (W II – 207,912 нм и линия внутреннего стандарта Sc II – 424,683 нм). Градуировочный график линейен в диапазоне концентраций 10 – 90 % масс при разбавлении пробы 1:20 000. Определение Co, Ni, Fe и Ti осуществляли измеряя абсолютные интенсивности линий Co II 228,616 нм, Ni I 341,476 нм, Fe II 259,939 нм и Ti II 337,279 нм. Градуировочные графики линейны в диапазоне концентраций 0,10–15,0 % масс при разбавлении пробы 1:1000. Правильность определения вольфрама подтверждена методами варьирования навески, анализом стандартных образцов ферровольфрама, остальных элементов сопоставлением с данными, полученными методом РФА. Статистическая обработка результатов подтвердила отсутствие систематической погрешности методики. Методика апробирована на промышленных образцах шлама и характеризуется высокой воспроизводимостью ($s_r \leq 0,05$).

Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке в рамках соглашения № 14.595.21.0004, уникальный идентификатор RFMEFI59517X0004.